

14.12.2004

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。

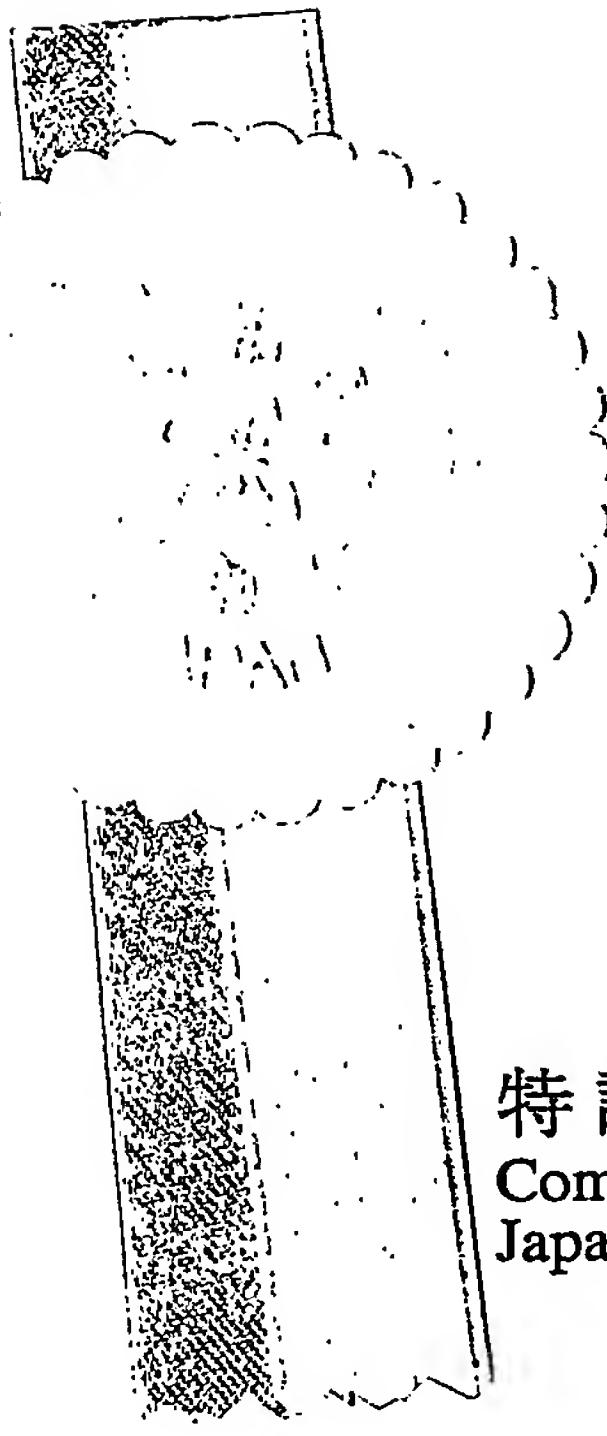
This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office.

出願年月日 2003年12月 1日
Date of Application:

出願番号 特願2003-401966
Application Number:

[ST. 10/C] : [JP2003-401966]

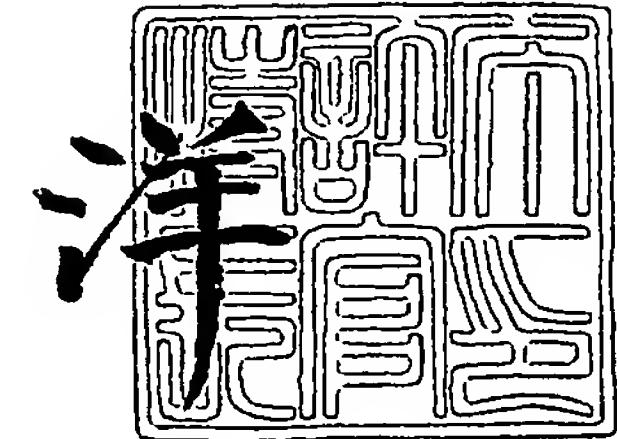
出願人 株式会社ブリヂストン
Applicant(s):



2005年 1月27日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小川



【書類名】 特許願
【整理番号】 BS-230
【提出日】 平成15年12月 1日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 H05B 3/10
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都小平市小川東町3-1-1 株式会社ブリヂストン 技術
 センター内
 山川 正文
【氏名】
【特許出願人】
 【識別番号】 000005278
【氏名又は名称】 株式会社ブリヂストン
【代理人】
 【識別番号】 100083806
【弁理士】
【氏名又は名称】 三好 秀和
【選任した代理人】
 【識別番号】 100068342
【弁理士】
【氏名又は名称】 三好 保男
【選任した代理人】
 【識別番号】 100100712
【弁理士】
【氏名又は名称】 岩▲崎▼ 幸邦
【選任した代理人】
 【識別番号】 100087365
【弁理士】
【氏名又は名称】 栗原 彰
【選任した代理人】
 【識別番号】 100100929
【弁理士】
【氏名又は名称】 川又 澄雄
【選任した代理人】
 【識別番号】 100095500
【弁理士】
【氏名又は名称】 伊藤 正和
【選任した代理人】
 【識別番号】 100101247
【弁理士】
【氏名又は名称】 高橋 俊一
【選任した代理人】
 【識別番号】 100098327
【弁理士】
【氏名又は名称】 高松 俊雄
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 001982
【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1
【包括委任状番号】 0110473

【書類名】特許請求の範囲**【請求項1】**

ヒータと、前記ヒータに通電してヒータを昇温させる電極とを少なくとも備えるセラミックヒータユニットであって、

前記ヒータと前記電極は各々炭化ケイ素を含む材料からなり、

前記ヒータと前記電極は炭化ケイ素を含む材料からなる接合材により一体に構成されていることを特徴とするセラミックヒータユニット。

【請求項2】

さらに、前記ヒータのワーク対向面上に配置される炭化ケイ素を含む材料からなるサセプタを有することを特徴とする請求項1記載のセラミックヒータユニット。

【請求項3】

さらに、前記ヒータのワーク対向面の他面より下方に配置される炭化ケイ素を含む材料からなる反射板を有することを特徴とする請求項1又は2に記載のセラミックヒータユニット。

【請求項4】

さらに、前記ヒータと前記反射板の間に挟んで配置される絶縁板を有することを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載のセラミックヒータユニット。

【請求項5】

前記セラミックヒータユニットの構成部材が、ケース内に収納されていることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載のセラミックヒータユニット。

【請求項6】

前記ヒータと前記電極は、両者の結合部が炭化ケイ素を含む材料からなる接合材を用いて反応焼結法により一体に構成されていることを特徴とする請求項1～5のいずれかに記載のセラミックヒータユニット。

【書類名】明細書

【発明の名称】セラミックヒータユニット

【技術分野】

【0001】

本発明は、セラミックヒータユニットに関する。

【背景技術】

【0002】

図4 (a) (b) に示すように、半導体ウェハの各種熱処理に用いられる従来のセラミックヒータユニット120は、炭化ケイ素製ヒータ101と、ヒータ101に通電して昇温させるためのニッケル製電極102とを有する。ヒータ101と電極102は図5 (a) に示すようにナット109で接合されて一体となり、一体となったヒータ101と電極102は構造材103により収納・保持されている（例えば、特許文献1、参照。）。

【0003】

この場合、ヒータ101と電極102を接合するナット109は、モリブデンなどの炭化ケイ素以外の材料から構成されている。そのため半導体ウェハの加熱処理時にナットの構成成分が不純物Uとなって半導体ウェハ表面に堆積して純度の低下をもたらすことが懸念されていた。また、セラミックヒータユニット120を構成する各部材の熱伝導率が異なることから均熱性の低下が懸念されていた。つまりヒータ101とナット109の構成材料の熱伝導率が異なることから、図5 (b) に示すように、ヒータ101の熱H1と電極102の接合部付近の熱H2に温度差が生じていた。

【0004】

前述の不純物放出の問題を解決するために、図4 (a) に示すように、ヒータユニット全体を構造体103で覆うと共にOーリング108などを用いて構造体103内部を密閉していた。しかしこれはセラミックヒータユニット120の製造コストの上昇と設計上の制限を招いていた。一方、均熱性向上の課題は改善されるには至っていなかった。

【特許文献1】特開2002-25751号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

以上より、純度と均熱性の向上が図られるセラミックヒータユニットが求められていた。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明は以下の記載事項に関する。

(1) ヒータと、前述のヒータに通電してヒータを昇温させる電極とを少なくとも備えるセラミックヒータユニットであって、前述のヒータと前述の電極は各々炭化ケイ素を含む材料からなり、前述のヒータと前述の電極は炭化ケイ素を含む材料からなる接合材により一体に構成されていることを特徴とするセラミックヒータユニット。

(2) さらに、前述のヒータのワーク対向面上に配置される炭化ケイ素を含む材料からなるサセプタを有することを特徴とする前述の(1)記載のセラミックヒータユニット。

(3) さらに、前述のヒータのワーク対向面の他面より下方に配置される炭化ケイ素を含む材料からなる反射板を有することを特徴とする前述の(1)又は(2)に記載のセラミックヒータユニット。

(4) さらに、前述のヒータと前述の反射板の間に挟んで配置される絶縁板を有することを特徴とする前述の(1)～(3)のいずれかに記載のセラミックヒータユニット。

(5) 前述のセラミックヒータユニットの構成部材が、ケース内に収納されていることを特徴とする前述の(1)～(4)のいずれかに記載のセラミックヒータユニット。

(6) 前述のヒータと前述の電極は、両者の結合部が炭化ケイ素を含む材料からなる接合材を用いて反応焼結法により一体に構成されていることを特徴とする前述の(1)～(5)のいずれかに記載のセラミックヒータユニット。

【発明の効果】**【0007】**

本発明のセラミックヒータユニットによれば純度と均熱性の向上が図られる。

【発明を実施するための最良の形態】**【0008】**

以下本発明について実施形態を挙げて説明するが、本発明は以下の実施形態に限定されない。

【0009】**(第1の実施形態)**

図1に示すように、第1の実施形態のセラミックヒータユニット20は、ヒータ1と、ヒータ1に通電してヒータ1を昇温させる電極2とを有する。ヒータ1はワーク対向面の他面(下面)の略中央において電極2に接合されている。ヒータ1は構造材3aの上面に配置され、電極2は構造材3aに設けられた貫通孔からワークの対向方向の他方(下方)側に向かって貫通し電源(図示せず)に接続されている。またヒータ1は、構造材3aの下面の略中央の貫通孔の外周に、電極2を囲うように配置され中空円筒部を形成する構造材3bと、構造材3bの下端に設けられた台11により保持されている。尚、構造材3は石英から構成されている。

【0010】

第1の実施形態は、ヒータ1と電極2が炭化ケイ素を含む材料からなると共に、炭化ケイ素を含む材料からなる接合材により一体に成形されている。このような構成を有することから、加熱時に不純物が放出されるといった前述の課題が解消されて純度が向上する。また、ヒータ1と接合材の熱伝導率が等しいことから、ヒータ1本体と電極2との接合部間の温度差がなくなり均熱性が向上する。

【0011】**(製造方法)**

まずセラミックヒータユニット20を構成するヒータ1と電極2を後に説明するホットプレス法に従って製造する。その際ヒータ1と電極2を係合可能とし(図3(a))、かつ契合した際に接合部10に遊び部が形成されるように(図3(b))、ヒータ1の一部に連通孔を設けまた電極2の一端に凸部を形成する。

【0012】

次に図3(b)に示すように、ヒータ1と電極2の接合部10に、炭化ケイ素(SiC)と炭素(C)を含むスラリーを流し込む。その後接合部を部分加熱する。続いて高純度のシリコン(Si)を接合部に挿入し、余剰のCとSiを反応させてSiCを形成する。このような反応焼結法により、図3(c)に示すようにヒータ1と電極2が一体化される。

【0013】

さらに従来法に従って構造材3を組立ることにより図1(a)に示すセラミックヒータユニット20が製造される。

尚、前述のヒータ及び電極はホットプレス法により製造した。しかし、前述のヒータ及び電極は他の製法、例えば反応焼結法やその改良法により製造されてもよい。

【0014】**(第2の実施形態)**

第1の実施形態の構成要件に加えて、さらにサセプタと反射板を有する第2の実施形態について説明する。

【0015】

図2に示すように、第2の実施形態のセラミックヒータユニット21は、ワークを配置可能とするサセプタ4と、サセプタ4のワーク対向面(上面)の他面(下面)側に配置されるヒータ1と、ヒータ1の下面の略中央に接合され、ヒータ1に通電してヒータ1を昇温させる電極2と、ヒータ1の下面に配置された絶縁板6と、絶縁板6を挟んでヒータ1の下方に配置された反射板5とを備え、電極2は絶縁版3c、反射板5の略中央に設けら

れた貫通孔を通って下方に伸び電源（図示せず）に接続されるよう構成されている。

【0016】

さらに第2の実施形態は、サセプタ4により形成される蓋部と、ヒータ1、絶縁板6及び反射板5が配置され、電極2が貫通可能に略中央に貫通孔が設けられた底部3aと、底部3aの周縁に設けられ中空円筒部を形成する壁部3dと、を備える第1の中空円筒部8を有する。また第2の実施形態は、底部3aから貫通した電極2を囲むように、底部3aの貫通孔の外周に設けられ、第1の中空円筒部8を保持し端部に台11を有する第2の中空円筒部9とを備える。つまり第2の実施形態は、前述のセラミックヒータユニット21の構成部材が、第1及び第2の中空円筒部8、9により形成されるケース内に収納されている。

【0017】

第2の実施形態は、ヒータ1、電極2、サセプタ4及び反射板5が炭化ケイ素を含む材料からなると共に、ヒータ1と電極2が炭化ケイ素を含む材料からなる接合材により一体に成形されている。サセプタ4を設けたことにより均熱性がさらに向上する。熱伝導率が高いからである。また反射板5を設けたことにより熱効率が良くなり均熱性が向上する。反射板5の上面よりも下面の熱伝導率を高くなるように調整することにより効果的に均熱性が向上する。絶縁板6は石英などから構成されている。

【0018】

第2の実施形態はセラミックヒータユニット21の構成部材がケース内に収容されることにより、セラミックヒータユニット21の耐酸性が向上するという作用効果が得られる。

【0019】

第2の実施形態を構成する、ヒータ1や電極2、並びにサセプタ4及び反射板5は第1の実施形態と同様にしてホットプレス法により製造される。またヒータ1と電極2も第1の実施の形態と同様に反応焼結法により製造される。ここでは第2の実施形態の製造方法の説明を省略する。

【0020】

(ホットプレス法)

以下にヒータユニットの製造に用いられる炭化ケイ素の製造方法について説明する。

本発明のヒータユニットの製造方法には、遊離炭素含有率が2～10重量%の炭化ケイ素焼結体を使用する。このような炭化ケイ素焼結体は、炭化ケイ素粉末と、非金属系焼結助剤との混合物を焼成することにより得られる。まず、炭化ケイ素粉末について説明する。炭化ケイ素粉末としては、 α 型、 β 型、非晶質、あるいはこれらの混合物等を広く用いることができ、市販品を用いてもよい。中でも β 型炭化ケイ素粉末が好適に用いられる。炭化ケイ素焼結体を高密度化するためには、用いる炭化ケイ素粉末の粒径は小さいほうがよい。好ましくは0.01～10 μm 程度、より好ましくは0.05～2 μm である。粒径が0.01 μm 未満であると、計量、混合等の処理工程における取り扱いが困難となり、一方10 μm を超えると、粉体の比表面積、即ち、隣接する粉体との接触面積が小さくなり、高密度化が困難となるので好ましくない。

【0021】

高純度の炭化ケイ素粉末を用いると、得られる炭化ケイ素焼結体も高純度になるので好ましい。高純度の炭化ケイ素粉末は、例えば、ケイ素化合物（以下「ケイ素源」という場合がある。）と、加熱により炭素を発生する有機材料と、Z重合触媒または架橋触媒とを混合し、得られた固形物を非酸化性雰囲気中で焼成することにより製造することができる。ケイ素源としては、液状、および固体状の化合物を広く用いることができるが、少なくとも液状の化合物を1種以上用いる。液状のケイ素源としては、アルコキシラン（モノー、ジー、トリーカー、テトラー）の重合体等が挙げられる。アルコキシランの重合体の中では、テトラアルコキシランの重合体が好適に用いられる。具体的には、メトキシラン、エトキシラン、プロピロキシラン、ブトキシラン等が挙げられるが、ハンドリングの点からはエトキシランが好ましい。テトラアルコキシラン重合度は2

～15程度であると液状の低分子量重合体（オリゴマー）となる。その他、重合度が高いケイ酸ポリマーで液状のものもある。液状のケイ素源と併用可能な固体状のケイ素源としては、炭化ケイ素が挙げられる。ここにいう炭化ケイ素には、一酸化ケイ素（SiO）、二酸化ケイ素（SiO₂）の他、シリカゾル（コロイド状超微細シリカ含有液であって、コロイド分子内にOH基やアルコキシ基を含有するもの）、微細シリカ、石英粉体等も含まれる。これらのケイ素源の中でも、均質性やハンドリング性が良好であるテトラアルコキシシランのオリゴマー、またはテトラアルコキシシランのオリゴマーと微粉体シリカとの混合物等が好ましい。また、これらのケイ素源は高純度であることが好ましく、具体的には初期の不純物含有量が20ppm以下であるのが好ましく、5ppm以下であるのがさらに好ましい。

【0022】

加熱により炭素を生成する有機材料としては、液状のものその他、液状のものと固体状のものを併用することもできる。残炭率が高く、かつ触媒あるいは加熱により重合または架橋する有機材料が好ましい。具体的には、フェノール樹脂、フラン樹脂、ポリイミド、ポリウレタン、ポリビニルアルコール等のモノマー、およびプレポリマーが好ましい。その他、セルロース、しょ糖、ピッチ、タール等の液状物も用いられる。中でもレゾール型フェノール樹脂が、熱分解性および純度の点で好ましい。有機材料の純度は、目的に応じて適宜、制御すればよい。特に高純度の炭化ケイ素粉末が必要な場合は、不純物元素の含有量が各々5ppm未満である有機材料を用いるのが好ましい。

【0023】

ケイ素源と有機材料の配合比率は、炭素とケイ素のモル比（以下「C/Si」と略記する。）を目安に好ましい範囲をあらかじめ決定することができる。ここにいうC/Siとは、ケイ素源と有機材料との混合物を1000℃にて炭化した炭化ケイ素中間体を元素分析し、その分析値より得られるC/Siである。炭素は、以下の反応式で表わされるよう、酸化ケイ素と反応し、炭化ケイ素に変化する。

【0024】

式(I) $\text{SiO}_2 + 3\text{C} \rightarrow \text{SiC} + 2\text{CO}$ 従って、化学量論的には、C/Siが3.0であると、炭化ケイ素中間体中の遊離炭素は0%になるが、実際にはSiO₂ガス等が揮散するため、C/Siがより低い値であっても遊離炭素が発生する。遊離炭素は粒成長を抑制する効果を有するので、目的とする粉末粒子の粒径に応じて、C/Siを決定し、その比となるようにケイ素源と有機材料とを配合すればよい。例えば、約1気圧、1600℃以上で、ケイ素源と有機材料との混合物を焼成する場合、C/Siが2.0～2.5の範囲になるように配合すると、遊離炭素の発生を抑制することができる。同条件で、C/Siが2.5を超えるように配合すると、遊離炭素の発生が顕著となり、粒子の小さな炭化ケイ素粉末が得られる。このように、目的に応じて、配合比率を適宜決定することができる。尚、炭化ケイ素粉末に起因する遊離炭素の作用および効果は、焼結助剤から生じる遊離炭素の作用および効果と比較して非常に弱いので、炭化ケイ素粉末に起因する遊離炭素は、本発明の効果には本質的に影響しないものである。

【0025】

また、炭化ケイ素粉末に含まれる不純物炭素は、約30重量%以上約40重量%以下であるのが好ましい。炭化ケイ素（SiC）の炭素含有量は理論的には約30重量%であるが、非炭素系不純物を含有する場合は30重量%より減少し、炭素系不純物を含有する場合は30重量%より増加する。前述のように有機材料を添加し、焼成することにより得られた炭化ケイ素粉末は、炭素系不純物を含有するので、炭素の含有量は30重量%より大きくなる。従って、炭化ケイ素粉末中の炭素含有量が30重量%未満であると、非炭素系不純物の割合が高いこととなり、純度の点で好ましくない。一方、40重量%を超えると、得られる炭化ケイ素焼結体の密度が低下し、強度、耐酸化性等の点で好ましくない。

ケイ素源と有機材料との混合物を硬化させ、固体物にすることもできる。硬化の方法としては、加熱による架橋反応を利用する方法、硬化触媒により硬化する方法、電子線や放射線を利用する方法等がある。用いる硬化触媒は、用いる有機材料に応じて適宜選択でき

るが、フェノール樹脂、フラン樹脂を有機材料に用いた場合は、トルエンスルホン酸、トルエンカルボン酸、酢酸、蔥酸、塩酸、硫酸等の酸類、ヘキサミン等のアミン類等が挙げられる。ケイ素源と有機材料を含有する固体物は、必要に応じ加熱炭化される。炭化は、窒素またはアルゴン等の非酸化性雰囲気中800°C~1000°Cにて30~120分間加熱することにより行われる。さらに、非酸化性雰囲気中1350°C~2000°Cで加熱すると炭化ケイ素が生成する。焼成温度と焼成時間は、得られる炭化ケイ素粉末の粒径等に影響するので、適宜決定すればよいが、1600~1900°Cで焼成すると効率的で好ましい。以上に説明した高純度の炭化ケイ素粉末を得る方法は、特開平9-48605号明細書により詳細に記載されている。

次に非金属系焼結助剤について説明する。本発明に用いられる炭化ケイ素焼結体は、遊離炭素2~10重量%のものである。この遊離炭素は、非金属系焼結助剤に用いられる有機材料に起因するものであり、非金属系焼結助剤の添加量等の添加条件を調整することにより遊離炭素量を前述の範囲にすることができる。

非金属系焼結助剤としては、前述したように遊離炭素源となり得る、即ち加熱により炭素を生じる有機材料（以下「炭素源」という場合がある。）を含有するものを用いる。前述の有機材料を単独で、または前述の有機材料を炭化ケイ素粉末（粒径：約0.01~1ミクロン）表面に被覆させたものを焼結助剤として用いてもよいが、効果の点からは、有機材料を単独で用いるのが好ましい。加熱により炭素を生成する有機材料としては、具体的には、残炭化率の高いコールタールピッチ、ピッチタール、フェノール樹脂、フラン樹脂、エポキシ樹脂、フェノキシ樹脂の他、各種糖類、例えば、グルコース等の单糖類、しょ糖等の小糖類、セルロース、でんぶん等の多糖類等が挙げられる。有機材料を炭化ケイ素粉末と均質に混合するには、有機材料は常温で液状のもの、溶媒に溶解するもの、または熱可塑性、熱融解性を有する等加熱により軟化するものが好ましい。中でも、フェノール樹脂を用いると炭化ケイ素焼結体の強度が向上するので好ましく、さらにレゾール型フェノール樹脂が好ましい。これらの有機材料の作用機構は明確にはなっていないが、有機材料は加熱されると系中にカーボンブラック、グラファイトの如き無機炭素系化合物を生成する。この無機炭素系化合物が焼結助剤として有効に作用しているものと考えられる。但し、カーボンブラック等を焼結助剤として用いても、同様な効果は得られない。

【0026】

非金属系焼結助剤は、所望により有機溶媒に溶解し、その溶液と炭化ケイ素粉末を混合してもよい。使用する有機溶媒は、非金属系焼結助剤により異なり、例えば、焼結助剤としてフェノール樹脂を用いる場合は、エチルアルコール等の低級アルコール類、エチルエーテル、アセトン等を選択することができる。高純度の炭化ケイ素焼結体を作製する場合は、高純度の炭化ケイ素粉末を使用するのみならず、焼結助剤および有機溶媒も不純物含有量の少ないものを用いるのが好ましい。

非金属系焼結助剤の炭化ケイ素粉末に対する添加量は、炭化ケイ素焼結体の遊離炭素が2~10重量%になるように決定する。遊離炭素がこの範囲外であると、接合処理中に進行するSiCへの化学変化、および炭化ケイ素焼結体間の接合が不十分となる。ここで、遊離炭素の含有率（重量%）は、炭化ケイ素焼結体を酸素雰囲気下において、800°Cで8分間加熱し、発生したCO₂、COの量を炭素分析装置で測定し、その測定値から算出することができる。焼結助剤の添加量は、用いる焼結助剤の種類および炭化ケイ素粉末の表面シリカ（酸化ケイ素）量によって異なる。添加量を決定する目安としては、あらかじめ炭化ケイ素粉末の表面シリカ（酸化ケイ素）量を沸騰水素水を用いて定量し、この酸化ケイ素を還元するのに十分な化学量論（式（I）で算出される化学量論）を算出する。これと、非金属系焼結助剤が加熱により炭素を生成する割合を考慮し、遊離炭素が前述の適する範囲となるように添加量を決定することができる。以上に説明した炭化ケイ素焼結体の非金属系焼結助剤についての説明は、特願平9-041048号明細書中により詳細に記載されている。

【0027】

次に、炭化ケイ素粉末と非金属系焼結助剤の混合物を焼結する方法について説明する。

炭化ケイ素粉末と非金属系焼結助剤は均質に混合する。均質の混合物を得るために、前述したように焼結助剤を有機溶媒に溶解した溶液を用いてもよい。混合方法としては、公知の方法、例えば、ミキサー、遊星ボールミル等を用いる方法が挙げられる。混合に使用する器具は、金属元素不純物の混入を防止するため、合成樹脂素材のものを用いるのが好ましい。混合は10～30時間程度、特に16～24時間程度行い、十分に混合するのが好ましい。十分に混合した後、溶媒を除去し、混合物を蒸発乾固させる。その後、篩にかけて混合物の原料粉体を得る。乾燥には、スプレードライヤー等の造粒装置を使用してもよい。

【0028】

このようにして得られた原料粉体は、成形金型中に配置される。使用する成形金型が黒鉛製のものであると、金属不純物が炭化ケイ素焼結体中に混入しないので好ましい。金属製の成形金型であっても、原料粉体と金型の金属部とが直接接触しないように、接触部を黒鉛製とするか、または接触部にトリテトラフルオロエチレンシート（商標名テフロンシート）を介在させれば、好適に使用できる。特に、高純度の炭化ケイ素焼結体を製造したい場合は、金型、および炉内の断熱材等には高純度の黒鉛材料を用いるのが好ましい。具体的には、2500℃以上の温度で、あらかじめ十分にベーキング処理され、高温使用しても不純物の発生がない黒鉛材料等が挙げられる。

【0029】

成形金型中に配置された原料粉体は、ホットプレス加工を施される。ホットプレスの圧力については特に制約はなく、300～700kgf/cm²の広い範囲の圧力により行うことができる。但し、400kgf/cm²以上で加圧する場合は、ホットプレス用の部品、例えば、ダイス、パンチ等は耐圧性に優れたものを用いる必要がある。

ホットプレスは、2000℃～2400℃にて行うが、このホットプレス加工温度までの昇温は穏やかに、かつ段階的に行うのが好ましい。このように昇温すると、各々の温度で生じる化学変化、状態変化等を十分に進行させることができ、その結果、不純物混入や亀裂および空孔の発生を防止することができる。好ましい昇温工程の一例を以下に示す。まず、5～10gの原料粉体をいれた成形金型を炉内に配置し、炉内を10⁻⁴ torrの真空状態にする。室温から200℃まで穏やかに昇温し、約30分間200℃に保つ。その後、700℃まで6～10時間で昇温し、2～5時間700℃に保つ。室温から700℃までの昇温工程で、吸着水分や有機溶媒の脱離が起こり、また、非金属系焼結助剤の炭化も進行する。一定温度の保持時間は、炭化ケイ素焼結体のサイズによって異なり、適宜好適な時間に設定すればよい。また、保持時間が十分であるか否かの判断は、真空中の低下がある程度少なくなる時点を目安にすることができる。次に、700℃～1500℃まで6～9時間で昇温し、1～5時間程1500℃に保持する。1500℃に保持している間、酸化ケイ素が還元され炭化ケイ素に変化する反応が進行する（式（I））。保持時間が不十分であると、二酸化ケイ素が残留し、炭化ケイ素粉末表面に付着するので、粒子の緻密化を妨げ、大粒の成長原因となるので好ましくない。保持時間が十分であるか否かの判断は、副生成物である一酸化炭素の発生が停止しているかを目安に、即ち、真空中の低下がおさまり、還元反応開始温度である1300℃の真空中まで回復しているかを目安にできる。

ホットプレスは、焼結が開始する1500℃程度まで炉内を昇温し、次に炉内を非酸化性雰囲気とするために、不活性ガスを充填した後行うのが好ましい。不活性ガスとしては、窒素ガス、あるいはアルゴンガス等が用いられるが、高温においても非反応性であるアルゴンガスを用いるのが好ましい。高純度炭化ケイ素焼結体を製造したい場合は、不活性ガスも高純度のものを用いる。炉内を非酸化性雰囲気とした後、温度が2000℃～2400℃、圧力が300～700kgf/cm²となるように炉内を加熱および加圧する。最高温度が2000℃未満であると、高密度化が不十分となる。一方、最高温度が2400℃を超えると、粉体もしく成形体原料が昇華（分解）する虞があるので好ましくない。1500℃近傍～最高温度までの昇温は2～4時間かけて行い、最高温度で1～3時間保持するのが好ましい。1850～1900℃で焼結は急速に進行し、最高温度保持時間中

に焼結が完了する。また加圧条件が、 300 kgf/cm^2 未満であると高密度化が不十分となり、 700 kgf/cm^2 を超えると黒鉛製の成形金型が破損することもあり、製造効率上好ましくない。圧力は異常粒が成長するのを抑えるために、 $300 \text{ kgf/cm}^2 \sim 700 \text{ kgf/cm}^2$ 程度で加圧するのが好ましい。

【0030】

用いる炭化ケイ素焼結体は、高密度化されていて、密度が 2.9 g/cm^3 以上、気孔率が1%以下であると好ましく、密度が 3.0 g/cm^3 以上、気孔率が0.8%以下であると特に好ましい。高密度化された炭化ケイ素焼結体を用いると、得られる炭化ケイ素接合体の曲げ強度、破壊強度等の力学的特性、および電気的物性が向上する。また、高密度化された炭化ケイ素焼結体を用いると、構成粒子が小粒化されているので汚染性の点でも好ましい。一方、低密度の、例えば多孔性の炭化ケイ素焼結体を用いると、炭化ケイ素接合体の耐熱性、耐酸化性、耐薬品性、および機械的強度が劣り、また接合強度が不十分となる場合もある。

炭化ケイ素焼結体を高密度化する方法として、焼結工程に先立って予め成形工程を実施する方法がある。この成形工程は、焼結工程と比較して低温低圧で行われるものである。この焼結工程を実施すると、嵩のある粉体を予めコンパクト（小容量化）にできるので、この工程を何度も繰り返すことによって、大型の成形体が製造しやすくなる。焼結工程に先立って予め実施される成形工程の諸条件の一例を以下に示す。炭化ケイ素粉末と非金属系焼結助剤とを、均質に混合して得られた原料粉体を成形金型内に配置し、温度 $80^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$ 、好ましくは $120^\circ\text{C} \sim 140^\circ\text{C}$ 、圧力 $50 \text{ kgf/cm}^2 \sim 100 \text{ kgf/cm}^2$ で5~60分間、好ましくは20~40分間プレスして成形体を得る。加熱温度は非金属系焼結助剤の特性に応じて、適宜決定すればよい。得られる成形体の密度は、平均粒径 $1 \mu\text{m}$ 程度の粉体を用いた場合は 1.8 g/cm^3 以上となるよう、また平均粒径 $0.5 \mu\text{m}$ の粉体を用いた場合は 1.5 g/cm^3 となるようにプレスするのが好ましい。用いる成形体の密度がこの範囲であると、炭化ケイ素焼結体の高密度化が容易となるので好ましい。得られた成形体が焼結工程に用いる成形金型に適合するように、成形体に切削加工を施してもよい。

【0031】

本発明に用いる炭化ケイ素焼結体中の不純物元素（1989年IUPAC無機化学命名法改訂版の元素周期表において、C、N、O、Siを除く、原子番号3以上の元素）の総含有量は 5 ppm 以下であると、高い清浄度が要求されるプロセス、例えば、半導体製造プロセス等にも使用し得るので好ましい。より好ましくは 3 ppm 以下、特に好ましくは 1 ppm 以下である。但し、化学的分析による不純物含有量は、実際に使用する場合の参考値としての意味を有するに過ぎない。例えば、不純物含有量は同一であっても、不純物が均一に分布しているか、局所的に偏在しているかによってその炭化ケイ素接合体に対する汚染性の評価は異なる場合もある。尚、以上に具体的に例示した材料、および例示した焼結方法を用いれば、不純物含有量 1 ppm 以下の炭化ケイ素焼結体が得られる。また、炭化ケイ素焼結体の不純物元素含有量を減少させるには、用いる原料（例えば、炭化ケイ素粉末と非金属系焼結助剤）、および不活性ガスに含まれる不純物元素含有量を 1 ppm 以下にしたり、焼結時間、温度等、焼結の諸条件を調整して不純物を除去する方法等が挙げられる。尚、ここでいう不純物元素とは、前述と同様であり、1989年IUPAC無機化学命名法改訂版の周期律表における、原子番号3以上（但し、C、N、O、Si、を除く。）の元素をいう。

【0032】

本発明に用いる炭化ケイ素焼結体の、その他の物性値は、室温における曲げ強度 $550 \sim 800 \text{ kgf/mm}^2$ 、ヤング率 $3.5 \times 10^4 \sim 4.5 \times 10^4$ 、ビッカース硬度 $550 \sim 800 \text{ kgf/mm}^2$ 、ポアソン比 $0.14 \sim 0.21$ 、熱膨張係数 $3.8 \times 10^{-6} \sim 4.2 \times 10^{-6} \text{ 1}/^\circ\text{C}$ 、熱伝導率 $150 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上、比熱 $0.15 \sim 0.18 \text{ cal/g}\cdot\text{^\circ C}$ 、耐熱衝撃性 $500 \sim 700 \Delta T^\circ\text{C}$ 、比抵抗 $1 \Omega\cdot\text{cm}$ であると、得られる炭化ケイ素接合体の諸特性が良好となるので好ましい。尚、本発明の炭化ケイ素焼結体とし

て、本発明者等の特願平9-041048号明細書に記載の炭化ケイ素焼結体を好適に使用することができる。

【0033】

また、炭化ケイ素焼結体の接合する面は、密着性の観点から滑らかであると好ましく、具体的には、接合する面の表面粗さ R_a は $0.5 \mu\text{m}$ 以下であるのが好ましく、 $0.02 \mu\text{m}$ 以下であるのがより好ましい。炭化ケイ素焼結体の表面粗さは、メッシュ200から800の砥石による研削加工またはバフ加工等を施すことによって、前述の範囲に調整することができる。

次に、接合材として用いるシリコン金属について説明する。本発明に用いるシリコン金属は、純度98%以上のものを用いるのが好ましく、より好ましくは純度99%以上、特に好ましくは純度99.9%である。純度の低いシリコン金属を用いると、炭化ケイ素接合体中に不純物元素による共有化合物が生成し、耐火度を低下させることになる。特に、ウエハ治具等、半導体プロセス関連に用いる場合は、純度99.999%以上のものを用いるのが好ましい。用いるシリコン金属が粉体である場合は、粉体は100メッシュ以上のものが好ましい。シリコン金属の大きさが100メッシュ未満であると、接合する面がずれやすくなり、寸法精度が得られなくなる。上限値については特に制約はないが、実際に入手できるものは350メッシュ以下のものである。

接合に用いるシリコン金属量は、得られる炭化ケイ素接合体の接合強度等に影響する。本発明者等が鋭意研究を重ねた結果、以下の式(1)に従って算出される量のシリコン金属を用いると、得られる炭化ケイ素接合体の接合強度が良好となるとともに、シリコン金属の残存による接合強度の低下や、汚染は生じないを見出した。式(1) $k \times \{ \text{炭化ケイ素接合体の接合面表面積 } (\text{cm}^2) \} \times \{ \text{炭化ケイ素焼結体の遊離炭素量 } (\%) \}$ (g) 式中、炭化ケイ素接合体の接合面表面積は、接合面の投影面でみた表面積を示すものである。例えば、2個の同一の面を有する焼結体を接合する場合は、一方の炭化ケイ素焼結体の面の投影面でみた表面積を示す。また、3個以上の炭化ケイ素焼結体を接合する場合は、炭化ケイ素焼結体のすべての接合する面の投影面でみた表面積を合計し、その1/2の面積を示すものである。式中、kは0.08~0.12であり、実験的に求められた係数である。そのディメンジョンは g/cm^2 になる。

【0034】

シリコン金属は、接合される2以上の炭化ケイ素焼結体の面の間に挟持される。例えば、一方の炭化ケイ素焼結体の面にシリコン金属粉末を散布し、次にシリコン金属が散布された面上に他方の炭化ケイ素焼結体の接合する面を重ねたり、予め2以上の炭化ケイ素焼結体を所定の空間が得られるように近接して配置し（接合面同士が対向するように配置し）、その空間に金属シリコン粉末を充填すればよい。この際、特別に加圧する必要はなく、例えば、炭化ケイ素焼結体を重ねた状態で接合する場合は、炭化ケイ素焼結体の自重が負荷されているのみでも面がずれなければよい。面がずれないように、固定具で固定したり、加圧してもよい。シリコン金属を炭化ケイ素焼結体の面上に散布する方法としては、例えば、ロート等を用いて炭化ケイ素焼結体の面がシリコン金属ですべて被覆されるように散布する方法がある。

次に、シリコン金属を挟持する炭化ケイ素焼結体は、高温加熱処理を施される。加熱処理は、非酸化性雰囲気で行うのが好ましく、真空中または窒素ガス以外の不活性ガス雰囲気中で行うのが好ましい。用いる不活性ガスとしては、アルゴンガス、ヘリウムガスが好ましい。不活性ガスとして窒素ガスを用いると、高温でシリコン金属と反応し、窒化ケイ素が生成してしまい、接合面が熱膨張差により剥離または破壊してしまうことがある。一方、アルゴンガスおよびヘリウムガスは、高温においても非反応性であるので、そのような問題は生じず好ましい。尚、高純度の炭化ケイ素接合体を製造したい場合は、不活性ガスも高純度のものを用いるのが好ましい。

【0035】

加熱温度は、シリコン金属の融点以上であればよく、 $1450^\circ\text{C} \sim 2200^\circ\text{C}$ が好ましい。 1450°C 未満ではシリコン金属が融解せず、 2200°C ではシリコン金属が一部昇

華する。原料として β 型の炭化ケイ素を用いた場合は2000℃、 α 型を用いた場合は1800℃を上限とするのが好ましい。特に1600℃程度で接合すると、効率的に高強度な接合体を製造できるので好ましい。また、昇温を穏やかに行うと、シリコン金属と炭化ケイ素焼結体中の遊離炭素との反応が十分に進行するので好ましい。具体的には、5℃/分～15℃/分で昇温するのが好ましく、特に10℃/分程度で行うのが好ましい。

【図面の簡単な説明】

【0036】

【図1】図1は第1の実施形態のセラミックヒータユニットの断面図(a)と斜視図(b)を示す。

【図2】図2は第2の実施形態のセラミックヒータユニットの断面図(a)と斜視図(b)を示す。

【図3】図3(a)～(c)は第1の実施形態の製造工程図を示す。

【図4】図4は従来のヒータユニットの断面図(a)と斜視図(b)を示す。

【図5】図5(a)(b)は従来のヒータユニットの一部拡大断面図を示す。

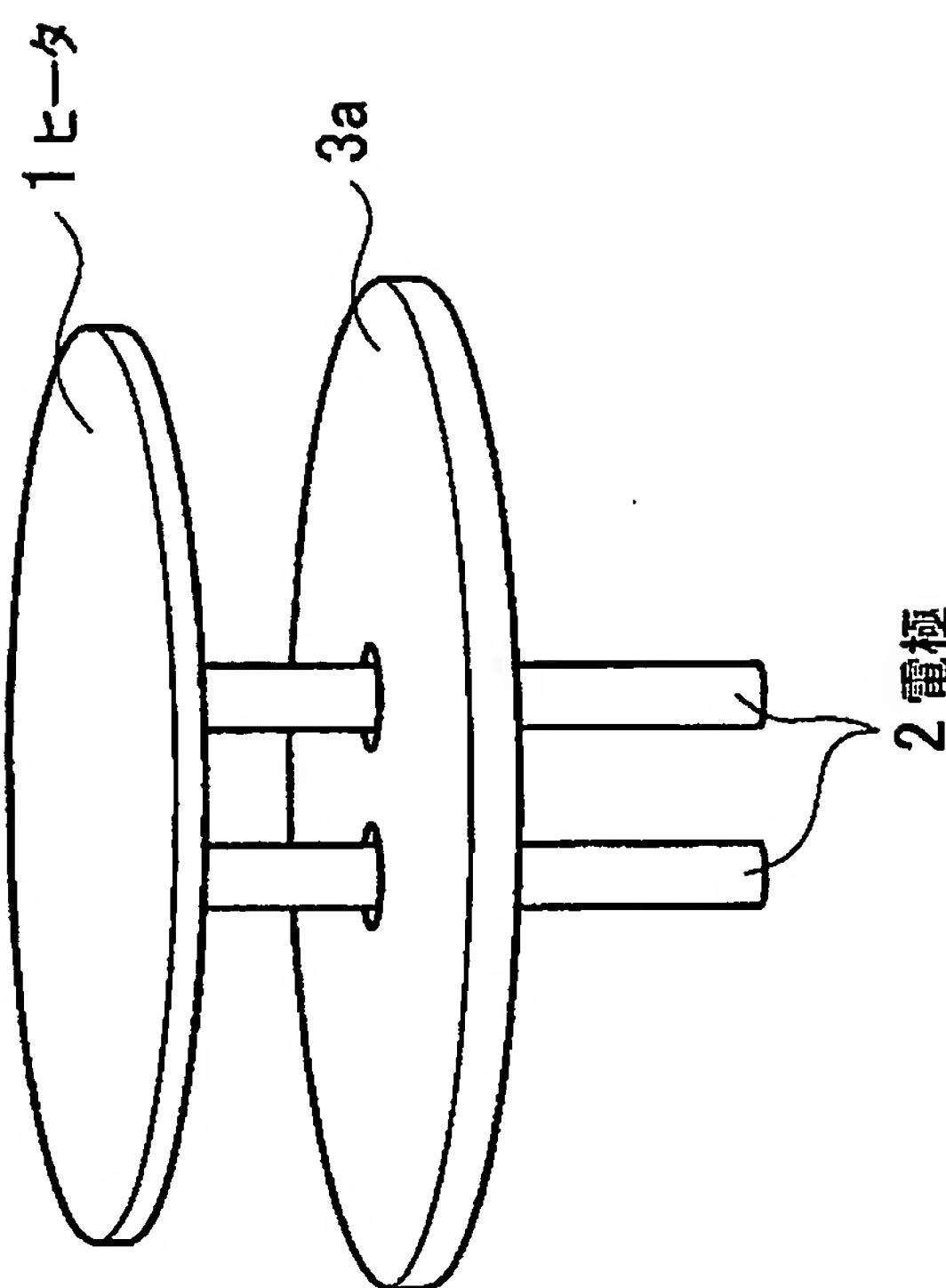
【符号の説明】

【0037】

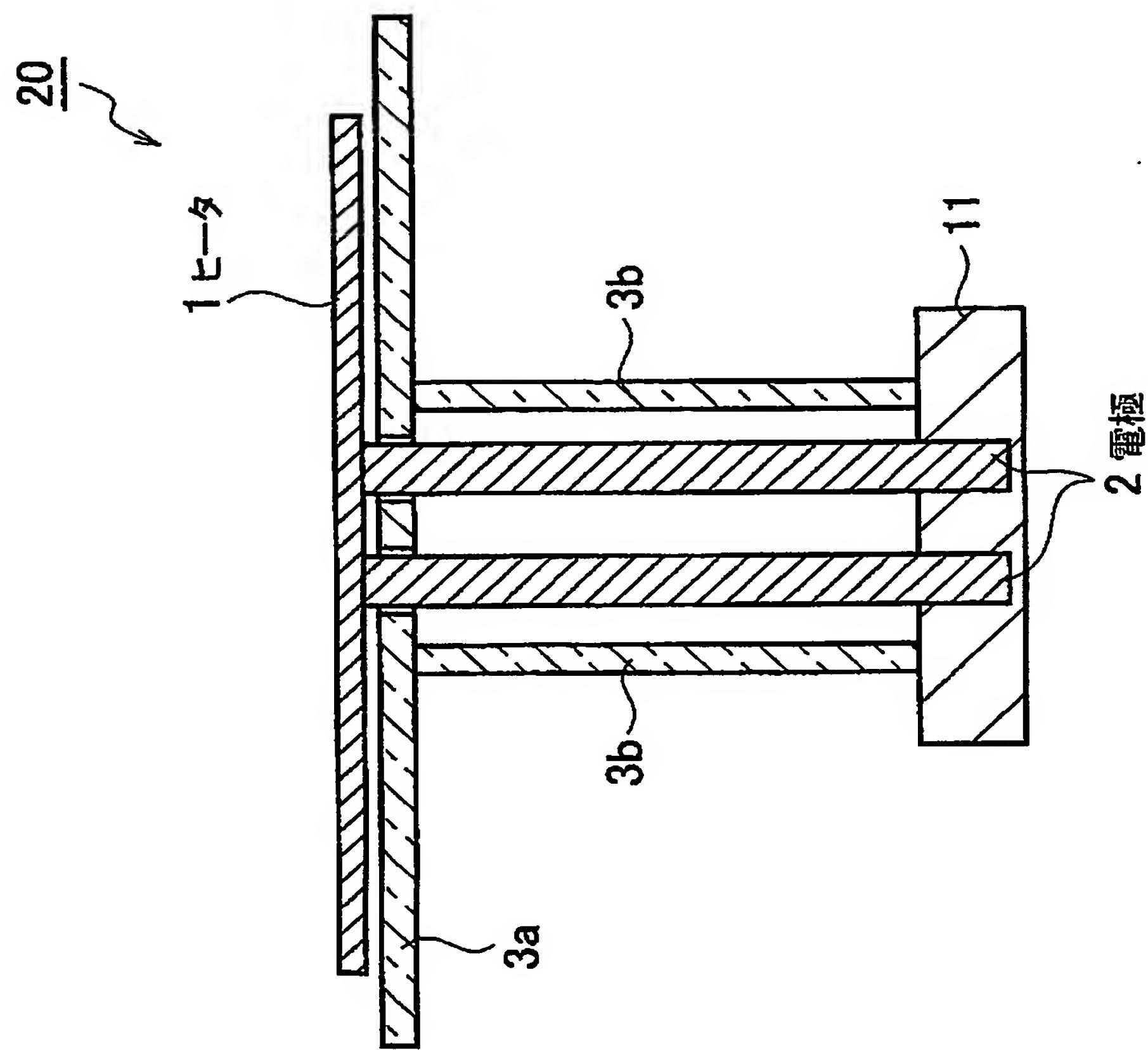
- 1 …ヒータ
- 2 …電極
- 3 …構造材
- 4 …サセプタ
- 5 …反射板
- 6 …絶縁板
- 8 …第1の中空円筒部(ケース)
- 9 …第2の中空円筒部(ケース)
- 10 …接合部
- 11 …台
- 20 …第1の実施形態のセラミックヒータユニット
- 21 …第2の実施形態のセラミックヒータユニット
- 101 …ヒータ
- 102 …電極
- 103 …構造材
- 104 …サセプタ
- 105 …反射板
- 108 …O—リング
- 109 …ナット
- 111 …台
- 120 …従来のセラミックヒータユニット

【書類名】 図面
【図1】

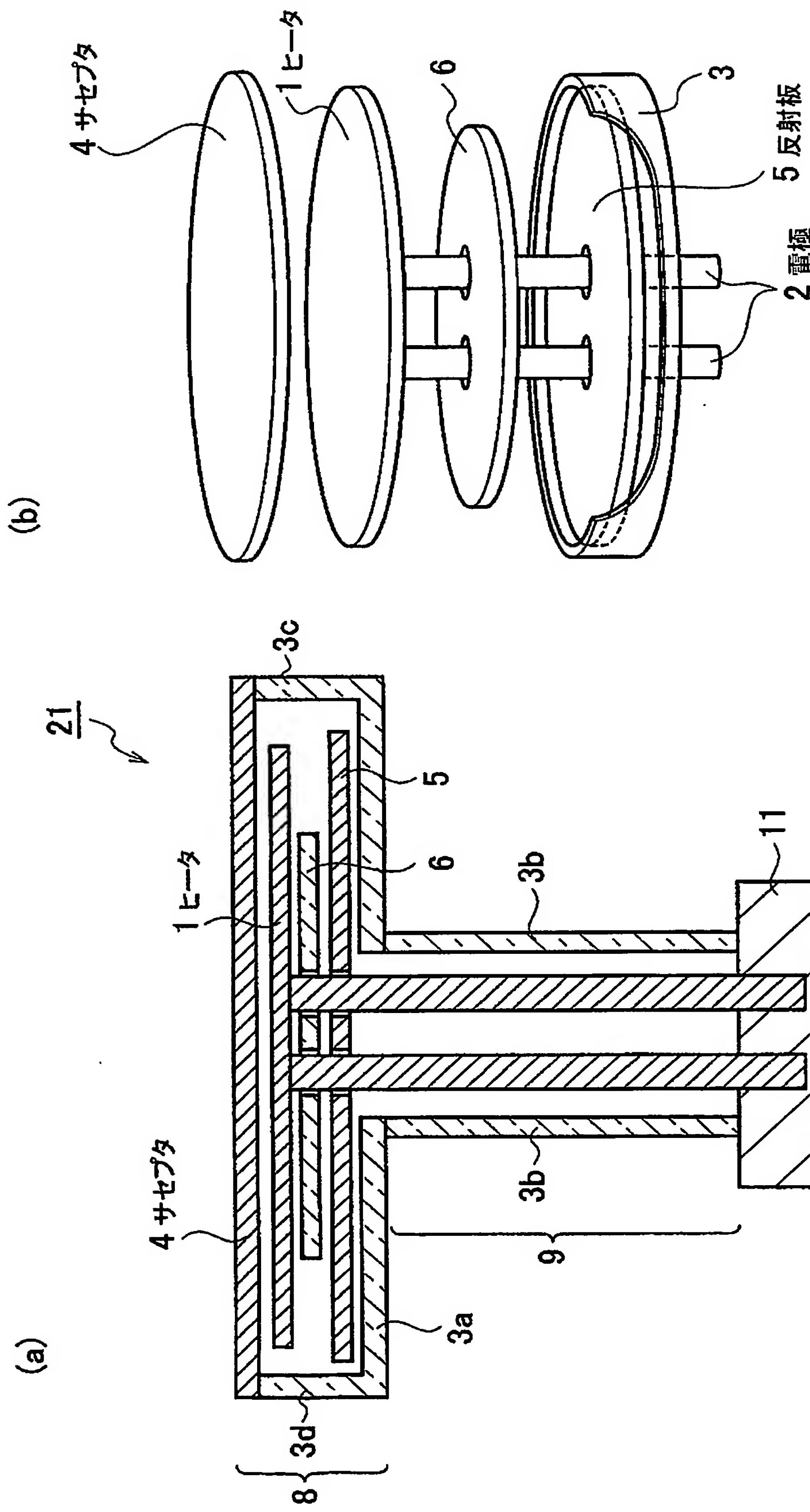
(b)



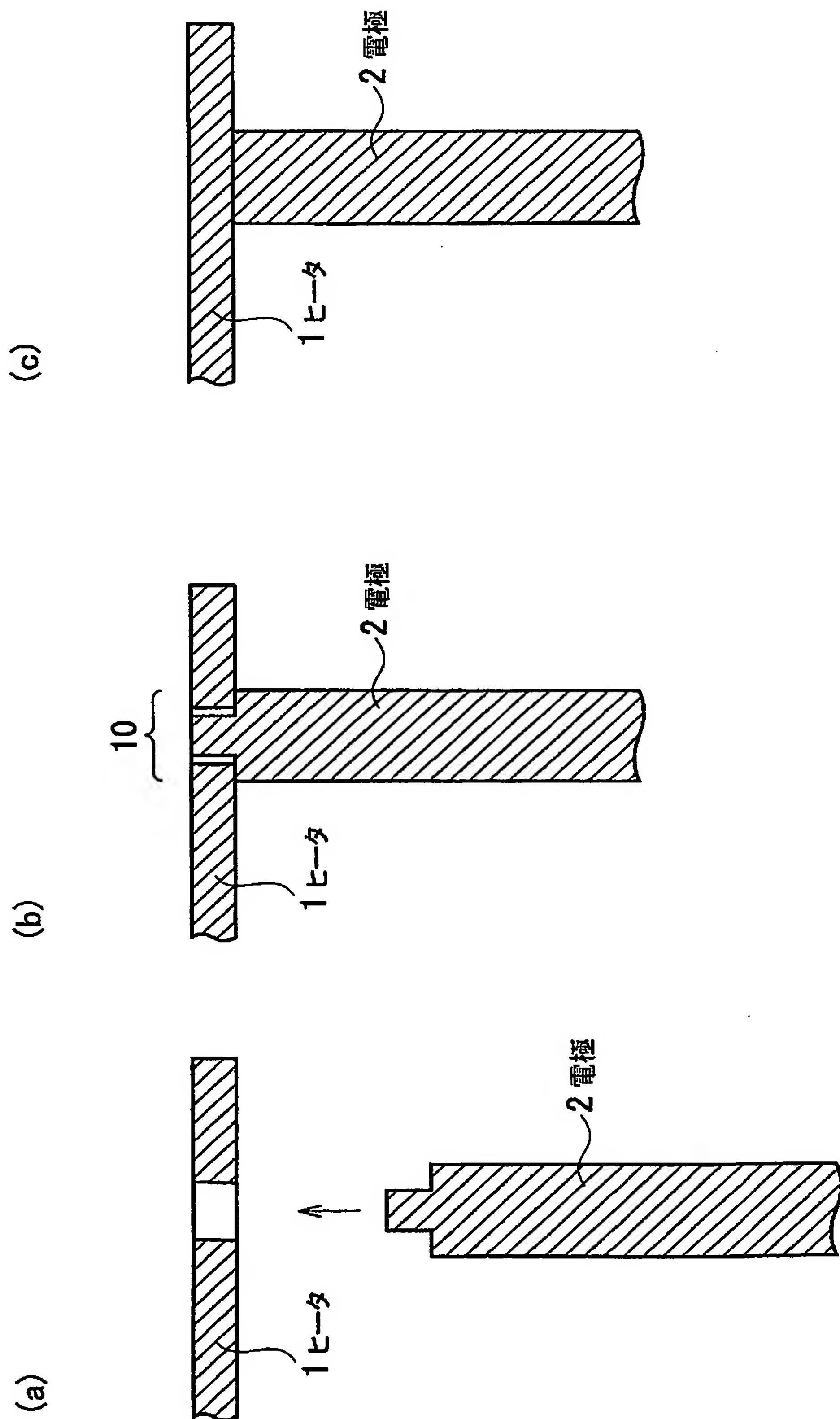
(a)



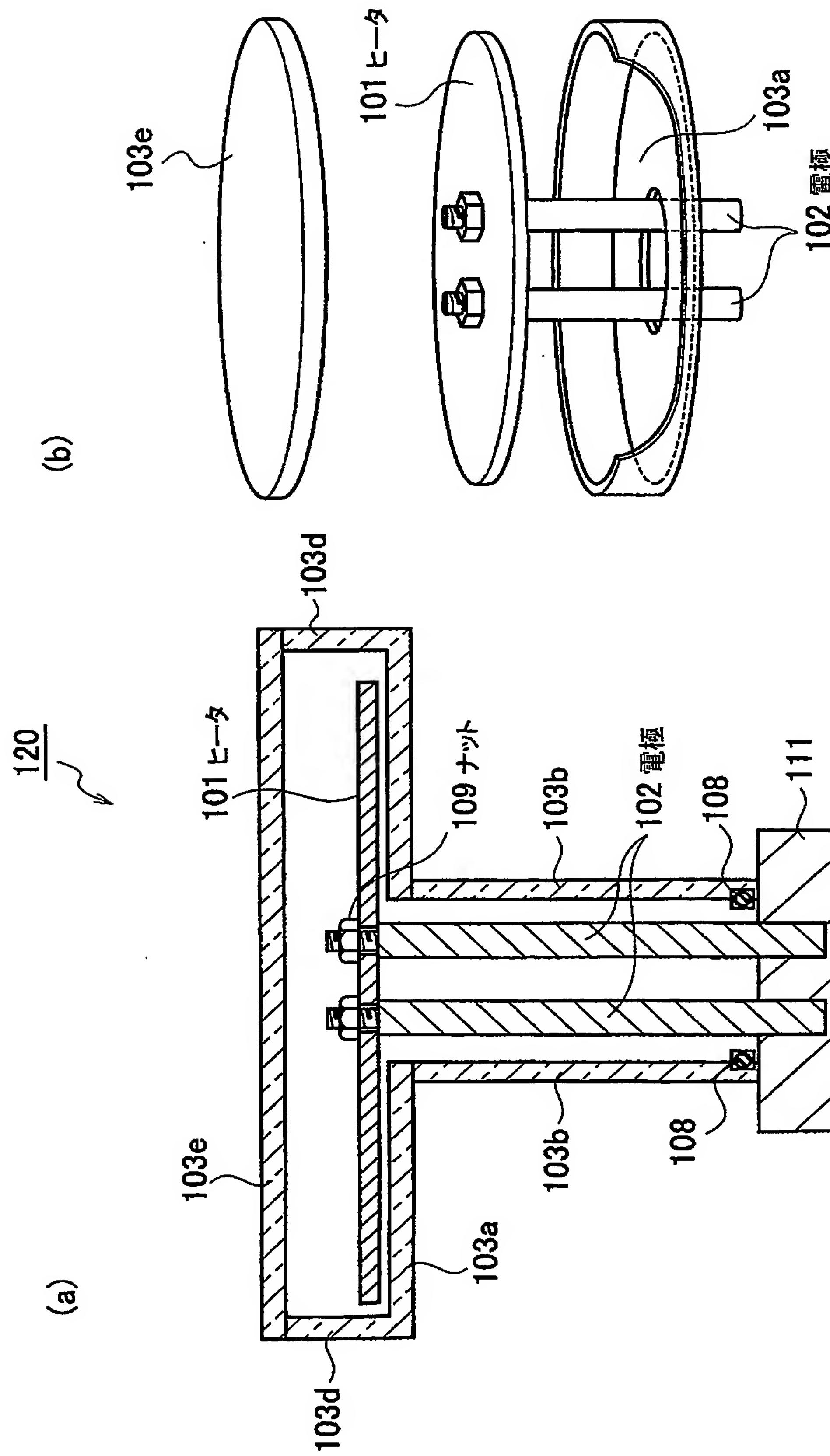
【図2】



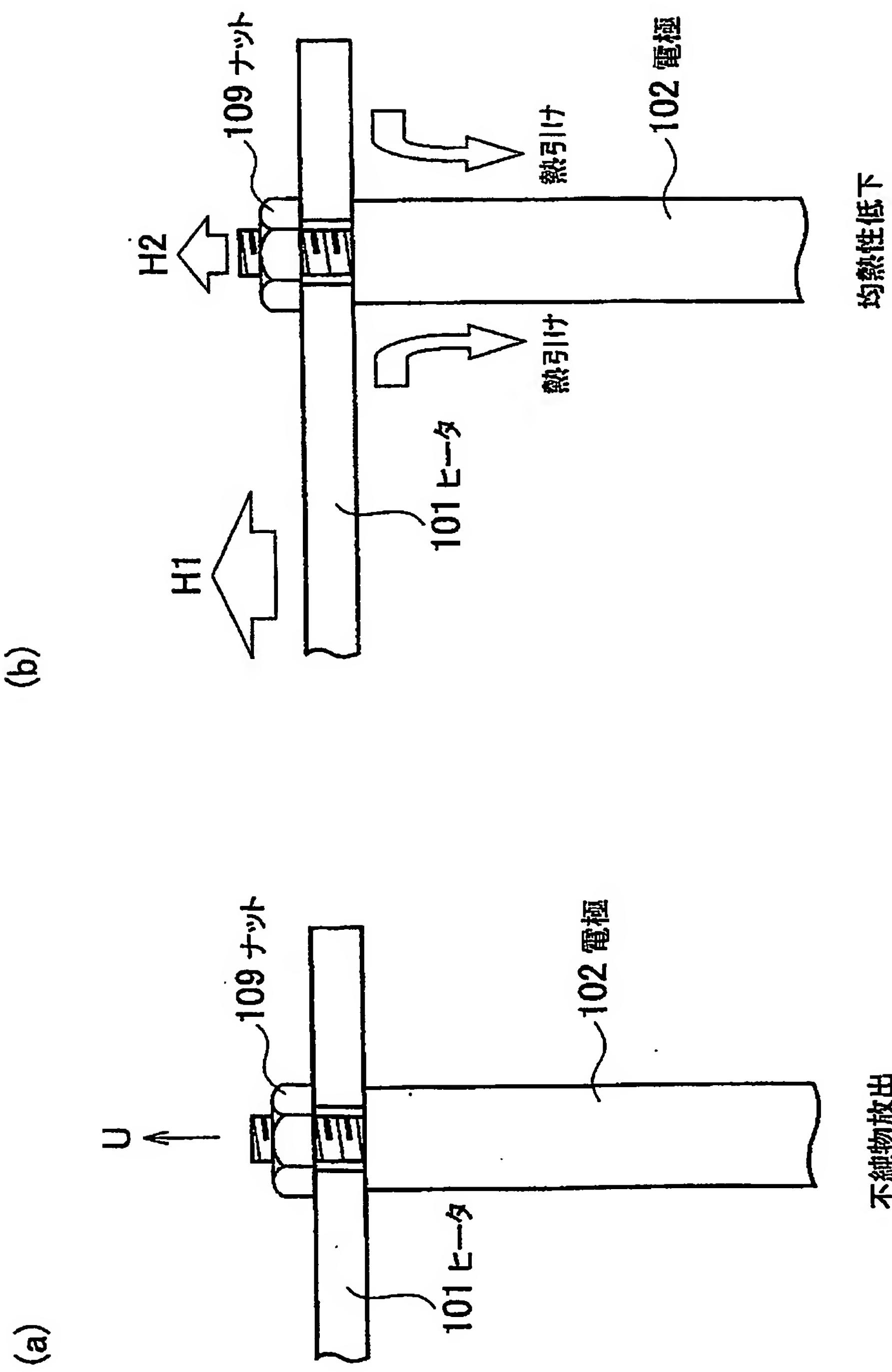
【図3】



【図4】



【図5】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】 セラミックヒータユニットの純度と均熱性の向上を図る。

【解決手段】

ヒータ（1）と、ヒータ（1）に通電してヒータ（1）を昇温させる電極（2）とを少なくとも備えるセラミックヒータユニット（20）であって、ヒータ（1）と電極（2）は各々炭化ケイ素を含む材料からなり、ヒータ（1）と電極（2）は炭化ケイ素を含む材料からなる接合材により一体に構成されていることを特徴とするセラミックヒータユニット（20）。

【選択図】 図1

特願 2003-401966

出願人履歴情報

識別番号 [000005278]

1. 変更年月日 1990年 8月27日

[変更理由] 新規登録

住所 東京都中央区京橋1丁目10番1号
氏名 株式会社ブリヂストン

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP04/017877

International filing date: 01 December 2004 (01.12.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2003-401966
Filing date: 01 December 2003 (01.12.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 10 February 2005 (10.02.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse